

BAB III

METODOLOGI

3.1. Parameter dan Variabel

Parameter pada penelitian ini adalah konsentrasi kalsium.

Variabel tetap

- Temperatur
- Waktu
- Jenis susu

Variabel peubah

- Oksidator
- Volume larutan penyangga
- Jenis destruksi

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Alat-alat

1. Neraca Analitis Metler
2. Gelas beker
3. Labu ukur 250 ml
4. Labu ukur 1000 ml
5. Cawan porselen
6. Furnace
8. Oven
9. Labu ukur 100 ml
10. Seperangkat alat spektrofotometer serapan atom

3.2.2. Bahan-bahan

1. Susu bubuk
2. Kalsium karbonat
3. Akuabides
4. Asam nitrat pekat
5. Kalium klorida
6. Asam sulfat pekat

3.3. Pembuatan Pereaksi

1. Larutan asam nitrat 6N

Ke dalam labu ukur 100 mL yang berisi 30 mL akuabides ditambahkan asam nitrat pekat sebanyak 41,00 mL diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas.

2. Larutan asam sulfat 6N

Ke dalam 100 mL akuabides ditambahkan asam sulfat sebanyak 32,00 mL sambil terus diaduk, setelah dingin diencerkan dengan akuabides sampai 250 mL.

3. Larutan kalium klorida 0,1%

Sebanyak 0.1 g kalium klorida dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas.

3.4. Pembuatan Larutan Standar

1. Larutan standar kalsium 1000 ppm

Ditimbang 2,4975 g kalsium karbonat dimasukkan dalam gelas beker diencerkan dengan akuabides, dikocok,

ditambah HNO_3 sampai kalsium karbonat larut semua, kemudian dimasukkan kedalam labu 1 liter diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas.

2. Larutan standar kalsium 100 ppm

Diambil 10 mL larutan 1000 ppm dimasukkan dalam labu ukur 100 mL diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas.

3. Larutan standar kalsium 5, 10, 30, 50 ppm

Diambil 5, 10, 30, 50 mL larutan standar kalsium 100 ppm dimasukkan dalam labu ukur 100 mL diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas.

4. Larutan standar kalsium 20 ppm

Diambil 40 mL larutan standar kalsium 50 ppm dimasukkan dalam labu ukur 100 mL diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas.

3.5. Cara Kerja

3.5.1. Pembuatan Kurva Standar

Masing-masing larutan standar diinjeksikan ke SSA mulai dari konsentrasi rendah - tinggi.

3.5.2. Destruksi Kering

Satu seperempat gram sampel dimasukkan ke dalam cawan porselin, dipanaskan dalam furnace selama 5 jam pada temperatur 450°C sampai menjadi abu. Abu dilarutkan dalam 2 mL HNO_3 6N dilanjutkan dengan pemanasan selama 1 jam. Abu dilarutkan dalam 10 mL HNO_3 6N (1:1) dan dipanaskan. Setelah dingin larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL, ditambah KCl 0,1% diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas.

3.5.3. Destruksi Basah

Contoh ditimbang $\pm 1,25$ g dimasukkan dalam gelas beker ditambah 5 mL akuabides dan 3 mL H_2SO_4 : HNO_3 (1:1) dipanaskan 3 jam temperatur 60°C . Selama pemanasan bila sampel hampir kering ditambah lagi 5 mL akuabides dan 3 mL H_2SO_4 : HNO_3 (1:1) sampai larutan jernih dan dibiarkan dingin. Kemudian ditambah KCl 0,1% diencerkan dengan akuabides dalam labu ukur 250 mL sampai tanda batas.